

PCT

NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Assistant Commissioner for Patents
United States Patent and Trademark
Office
Box PCT
Washington, D.C. 20231
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

in its capacity as elected Office

Date of mailing (day/month/year) 11 July 2000 (11.07.00)	
International application No. PCT/JP99/06526	Applicant's or agent's file reference PCT/11055
International filing date (day/month/year) 22 November 1999 (22.11.99)	Priority date (day/month/year) 26 November 1998 (26.11.98)
Applicant SAWADA, Naotaka et al	

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

☒ in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:
19 May 2000 (19.05.00)

☐ in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was
☐ was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No.: (41-22) 740.14.35	Authorized officer <p style="text-align: center;">Antonia Muller</p> Telephone No.: (41-22) 338.83.38
--	---



37
Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference PCT/11055	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/JP99/06526	International filing date (<i>day month year</i>) 22 November 1999 (22.11.99)	Priority date (<i>day month year</i>) 26 November 1998 (26.11.98)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC B04B 7/00, G01N 1/00		
Applicant DAINIPPON SEIKI CO., LTD.		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.
2. This REPORT consists of a total of <u>4</u> sheets, including this cover sheet. <input type="checkbox"/> This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT). These annexes consist of a total of _____ sheets.
3. This report contains indications relating to the following items: I <input checked="" type="checkbox"/> Basis of the report II <input type="checkbox"/> Priority III <input type="checkbox"/> Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability IV <input checked="" type="checkbox"/> Lack of unity of invention V <input checked="" type="checkbox"/> Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement VI <input type="checkbox"/> Certain documents cited VII <input type="checkbox"/> Certain defects in the international application VIII <input type="checkbox"/> Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 19 May 2000 (19.05.00)	Date of completion of this report 14 March 2001 (14.03.2001)
Name and mailing address of the IPEA JP Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.



INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP99/06526

I. Basis of the report

1. With regard to the **elements** of the international application:*

- ☒ the international application as originally filed
- ☐ the description:
pages _____, as originally filed
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the claims:
pages _____, as originally filed
pages _____, as amended (together with any statement under Article 19
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the drawings:
pages _____, as originally filed
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the sequence listing part of the description:
pages _____, as originally filed
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____

2. With regard to the **language**, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language _____ which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

3. With regard to any **nucleotide and/or amino acid sequence** disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/fig _____

5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).**

* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

** Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.



INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP99/06526

IV. Lack of unity of invention

1. In response to the invitation to restrict or pay additional fees the applicant has:

- ☐ restricted the claims.
- ☐ paid additional fees.
- ☐ paid additional fees under protest.
- ☐ neither restricted nor paid additional fees.

2. ☒ This Authority found that the requirement of unity of invention is not complied with and chose, according to Rule 68.1, not to invite the applicant to restrict or pay additional fees.

3. This Authority considers that the requirement of unity of invention in accordance with Rules 13.1, 13.2 and 13.3 is

- ☐ complied with.
- ☒ not complied with for the following reasons:

There is no technical relationship involving special technical features between the subject matters of claims 1-6 and the subject matters of claims 7-9, and claims 7-9 do not meet the requirement of unity of invention.

4. Consequently, the following parts of the international application were the subject of international preliminary examination in establishing this report:

- ☒ all parts.
- ☐ the parts relating to claims Nos. _____



INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP99/06526

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Claims	1-9	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-9	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-9	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

In connection with a piston plug to be inserted in the inner cylinder of a precipitation tube for centrifugal separation, the constituent feature that the upper space in the centrifugation chamber of the precipitation tube for centrifugal separation communicates with the space on the lower end side of the piston plug in the extraction chamber midway through the extraction of the piston plug from the innermost region of the inner cylinder to which it has been inserted, is neither described in any of the documents cited in the ISR nor obvious to a person skilled in the art.

None of the documents cited in the ISR describes that the bottom surface of a closure plug that is liable to slip off from the lower end region of the inner cylinder under downward pressure is shaped so that the closure plug tilts forward, backward, rightward or leftward from the position of its fall when the closure plug, which has been inserted in the container body of the precipitation tube for centrifugal separation and fitted detachably in the lower end region of the inner cylinder held so that the lower end thereof is positioned near the inner bottom surface of the container body, slips off from the lower end region and reaches the inner bottom surface of the container body, and this feature is not considered to be obvious to a person skilled in the art.



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06526

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ B04B7/00, G01N1/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ B04B7/00, G01N1/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Keisai Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO, 97/40357, A1 (Dainippon Seiki K.K.), 04 November, 1997 (04.11.97), Claims; Fig. 3 & JP, 9-285740, A (Dainippon Seiki K.K.)	1-9
A	WO, 93/16801, A1 (HSEI, Paul), 20 July, 1995 (20.07.95), Claims; Fig. 1 & JP, 7-506528, A & US, 5242660, A & EP, 627962, A1	1-9
A	JP, 62-106645, U (Kabushiki Kaisha Tomi Seiko), 08 July, 1987 (08.07.87), Claims of Japanese Utility Model Application; Fig. 1 (Family: none)	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
07 February, 2000 (07.02.00)

Date of mailing of the international search report
22 February, 2000 (22.02.00)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06526

Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 1 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. ☐ Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 2 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

No technical relationship including technical features is found between the invention as described in Claims 1-6 and the invention as described in Claims 7-9, and Claims 7-9 do not satisfy the requirement of unity.

1. ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☒ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.
☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

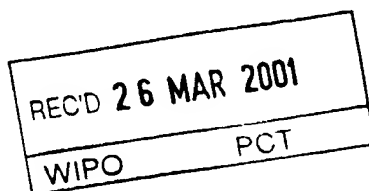


3T

特 許 協 力 条 約

P C T

国際予備審査報告

(法第12条、法施行規則第56条)
〔PCT36条及びPCT規則70〕

出願人又は代理人 の書類記号 PCT/11055	今後の手続きについては、国際予備審査報告の送付通知（様式PCT/ IPEA/416）を参照すること。	
国際出願番号 PCT/J P 99/06526	国際出願日 (日.月.年) 22. 11. 99	優先日 (日.月.年) 26. 11. 98
国際特許分類 (IPC) Int.Cl ⁷ B04B7/00, G01N1/00		
出願人 (氏名又は名称) 株式会社 大日本精機		

1. 国際予備審査機関が作成したこの国際予備審査報告を法施行規則第57条 (PCT36条) の規定に従い送付する。
2. この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で <u>4</u> ページからなる。 <input type="checkbox"/> この国際予備審査報告には、附属書類、つまり補正されて、この報告の基礎とされた及び／又はこの国際予備審査機関に対してした訂正を含む明細書、請求の範囲及び／又は図面も添付されている。 (PCT規則70.16及びPCT実施細則第607号参照) この附属書類は、全部で <u> </u> ページである。
3. この国際予備審査報告は、次の内容を含む。 I <input checked="" type="checkbox"/> 国際予備審査報告の基礎 II <input type="checkbox"/> 優先権 III <input type="checkbox"/> 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成 IV <input checked="" type="checkbox"/> 発明の単一性の欠如 V <input checked="" type="checkbox"/> PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明 VI <input type="checkbox"/> ある種の引用文献 VII <input type="checkbox"/> 国際出願の不備 VIII <input type="checkbox"/> 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 19. 05. 00	国際予備審査報告を作成した日 14. 03. 01	
名称及びあて先 日本国特許庁 (IPEA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 中村 泰三 電話番号 03-3581-1101 内線 3468	4Q 9040

様式PCT/IPEA/409 (表紙) (1998年7月)



1. 国際予備審査報告の基礎

1. この国際予備審査報告は下記の出願書類に基づいて作成された。(法第6条(PCT 14条)の規定に基づく命令に
応答するために提出された差し替え用紙は、この報告書において「出願時」とし、本報告書には添付しない。
PCT規則70.16, 70.17)

☒ 出願時の国際出願書類

- ☐ 明細書 第 _____ ページ、 出願時に提出されたもの
明細書 第 _____ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
明細書 第 _____ ページ、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 請求の範囲 第 _____ 項、 出願時に提出されたもの
請求の範囲 第 _____ 項、 PCT 19条の規定に基づき補正されたもの
請求の範囲 第 _____ 項、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
請求の範囲 第 _____ 項、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 図面 第 _____ ページ/図、 出願時に提出されたもの
図面 第 _____ ページ/図、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
図面 第 _____ ページ/図、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 出願時に提出されたもの
明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの

2. 上記の出願書類の言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願の言語である。

上記の書類は、下記の言語である _____ 語である。

- ☐ 国際調査のために提出されたPCT規則23.1(b)にいう翻訳文の言語
☐ PCT規則48.3(b)にいう国際公開の言語
☐ 国際予備審査のために提出されたPCT規則55.2または55.3にいう翻訳文の言語

3. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際予備審査報告を行った。

- ☐ この国際出願に含まれる書面による配列表
☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された書面による配列表
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった
☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

4. 補正により、下記の書類が削除された。

- ☐ 明細書 第 _____ ページ
☐ 請求の範囲 第 _____ 項
☐ 図面 図面の第 _____ ページ/図

5. ☐ この国際予備審査報告は、補充欄に示したように、補正が出願時における開示の範囲を越えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c) この補正を含む差し替え用紙は上記1.における判断の際に考慮しなければならない、本報告に添付する。)



IV. 発明の単一性の欠如

1. 請求の範囲の減縮又は追加手数料の納付の求めに対して、出願人は、

- ☐ 請求の範囲を減縮した。
- ☐ 追加手数料を納付した。
- ☐ 追加手数料の納付と共に異議を申立てた。
- ☐ 請求の範囲の減縮も、追加手数料の納付もしなかった。

2. ☒ 国際予備審査機関は、次の理由により発明の単一性の要件を満たしていないと判断したが、PCT規則68.1の規定に従い、請求の範囲の減縮及び追加手数料の納付を出願人に求めないこととした。

3. 国際予備審査機関は、PCT規則13.1、13.2及び13.3に規定する発明の単一性を次のように判断する。

- ☐ 満足する。
- ☒ 以下の理由により満足しない。

請求項1－6に記載された発明と請求項7－9に記載された発明との間には特別な技術的特徴を含む技術的な関係はなく、請求項7－9は単一性の要件を満たしていない。

4. したがって、この国際予備審査報告書を作成するに際して、国際出願の次の部分を、国際予備審査の対象にした。

- ☒ すべての部分
- ☐ 請求の範囲 _____ に関する部分



V. 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条（PCT35条(2)）に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

1. 見解

新規性 (N)	請求の範囲	1 - 9	有
	請求の範囲		無
進歩性 (IS)	請求の範囲	1 - 9	有
	請求の範囲		無
産業上の利用可能性 (IA)	請求の範囲	1 - 9	有
	請求の範囲		無

2. 文献及び説明 (PCT規則70.7)

遠心分離用沈殿管の内筒内に挿入されるピストン栓に関し、内筒内の奥まで差し入れられた状態から引き出される途中に、遠心分離用沈殿管の遠心分離室の上部空間と抽出室のピストン栓下端面側の空間とを連通させるようにした点は、国際調査報告に列記されたいずれの文献にも記載されておらず、この点は当業者にとって自明でもない。

遠心分離用沈殿管の容器本体の内部に挿入されて下端が容器本体の内底面付近に位置するように保持される内筒の下端部に着脱自在に嵌められて、下向きの圧力によって内筒の下端部から容易に脱落する閉塞栓の下面側を、該閉塞栓が前記下端部から脱落して前記容器本体の内底面に達した際に、脱落位置から前後左右いずれかに倒れる形状に形成した点は、国際調査報告に列記されたいずれの文献にも記載されておらず、この点は当業者にとって自明でもない。



E P

US

P C T

国際調査報告

(法 8 条、法施行規則第40、41条)
[P C T 1 8 条、P C T 規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 PCT-11055	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220)及び下記5を参照すること。	
国際出願番号 PCT/J P 99/06526	国際出願日 (日.月.年) 22. 11. 99	優先日 (日.月.年) 26. 11. 98
出願人 (氏名又は名称) 株式会社 大日本精機		

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT 18条)の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 4 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない(第I欄参照)。

3. ☒ 発明の単一性が欠如している(第II欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☐ 出願人が提出したものを承認する。

☒ 第III欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から1カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 2 図とする。 ☒ 出願人が示したとおりである。

☐ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。



第 I 欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見 (第 1 ページの 2 の続き)

法第 8 条第 3 項 (PCT 17 条 (2) (a)) の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. ☐ 請求の範囲 _____ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。つまり、
2. ☐ 請求の範囲 _____ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. ☐ 請求の範囲 _____ は、従属請求の範囲であって PCT 規則 6.4 (a) の第 2 文及び第 3 文の規定に従って記載されていない。

第 II 欄 発明の単一性が欠如しているときの意見 (第 1 ページの 3 の続き)

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるところの国際調査機関は認めた。

請求項 1 - 6 に記載された発明と請求項 7 - 9 に記載された発明との間には特別な技術的特徴を含む技術的な関係はなく、請求項 7 - 9 は単一性の要件を満たしていない。

1. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求の範囲について作成した。
2. ☒ 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求の範囲について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求の範囲のみについて作成した。
4. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求の範囲について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあった。
- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがなかった。



第Ⅲ欄 要約 (第1ページの5の続き)

遠心力により上下層に分離された2液相系から下層液だけを取り出すことができる沈殿管に関する。

上部が開口した容器本体内に、内筒をその上下部で容器本体内と通じる状態で固定する。容器本体内部周面と内筒外周面との間を遠心分離室とする。容器本体の上部開口部をふさぐ密閉蓋に、内筒内に挿入するピストン栓を一体化する。ピストン栓の挿入の途中の段階では、ピストン栓に設けられた通路により遠心分離室の上部とピストン栓の下端面とは通じている。該ピストン栓が内筒内の奥まで挿入された時に該通路は遮断される。

別発明として、上部が開口した容器本体内に内筒を挿入し、その下端口を、下向きの押圧力で抜け落ちる閉塞栓でふさぐ。該閉塞栓は容器本体の底面に落下した際、前後左右いずれかに倒れる形状を有する。



A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl⁷ B 04 B 7/00, G 01 N 1/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl⁷ B 04 B 7/00, G 01 N 1/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996

日本国公開実用新案公報 1971-2000

日本国登録実用新案公報 1994-2000

日本国実用新案掲載公報 1996-2000

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	WO, 97/40357, A1 (株式会社 大日本精機) 請求の範囲、第3図 & JP, 9-285740, A (株式会社大日本精機) 4. 11月. 1997 (04. 11. 97)	1-9
A	WO, 93/16801, A1 (HSEI, Paul) 20. 7月. 1995 (20. 07. 95) CLAIM, Fig. 1 & JP, 7-506528, A & US, 5242660, A & EP, 627962, A1	1-9
A	JP, 62-106645, U (株式会社トミー精工) 8. 7月. 1987 (08. 07. 87) 実用新案請求の範囲、第1図 (ファミリーなし)	1-9

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

07. 02. 00

国際調査報告の発送日

22.02.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

中村 泰三



4Q

9040

電話番号 03-3581-1101 内線 3468



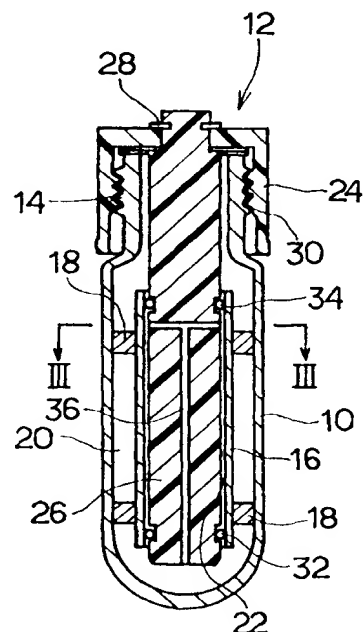
(51) 国際特許分類 B04B 7/00, G01N 1/00		A1	(11) 国際公開番号 WO00/30756
			(43) 国際公開日 2000年6月2日(02.06.00)
(21) 国際出願番号 PCT/JP99/06526		(74) 代理人 弁理士 間宮武雄(MAMIYA, Takeo) 〒615-0042 京都府京都市右京区西大路通五条下ル 東中水町5番地 ユタカ第一ビル Kyoto, (JP)	
(22) 国際出願日 1999年11月22日(22.11.99)			
(30) 優先権データ 特願平10/335949 1998年11月26日(26.11.98) JP 特願平11/228544 1999年8月12日(12.08.99) JP		(81) 指定国 US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)	
(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 株式会社 大日本精機 (DAINIPPON SEIKI CO., LTD.)(JP/JP) 〒617-0833 京都府長岡京市神足棚次8番地 Kyoto, (JP) 藤沢薬品工業株式会社 (FUJISAWA PHARMACEUTICAL CO., LTD.)(JP/JP) 〒541-8514 大阪府大阪市中央区道修町三丁目4番7号 Osaka, (JP)		添付公開書類 国際調査報告書	
(72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてののみ) 澤田直孝(SAWADA, Naotaka)(JP/JP) 〒520-2264 滋賀県大津市大石東四丁目21番5号 Shiga, (JP) 馬場明吉(BANBA, Akiyoshi)(JP/JP) 〒520-0241 滋賀県大津市今堅田二丁目1-26 Shiga, (JP) 西村伸太郎(NISHIMURA, Shintaro)(JP/JP) 〒300-0848 茨城県土浦市西根西1-5-21 Ibaraki, (JP)			

(54)Title: **PRECIPITATION TUBE FOR CENTRIFUGAL SEPARATION**

(54)発明の名称 遠心分離用沈殿管

(57) Abstract

A precipitation tube capable of extracting the lower layer liquid from a two-liquid phase system centrifugally separated into upper and lower layers. An inner cylinder is fixed in a top-opened container body such that the inner cylinder communicates at its upper and lower regions with the container body. The space between the inner peripheral surface of the container body and the outer peripheral surface of the inner cylinder is used as a centrifugation chamber. A sealing lid for covering the top opening in the container body is integrated with a piston plug that is to be inserted in the inner cylinder. During insertion of the piston plug, the upper region of the centrifugation chamber and the lower end of the piston plug are in communication with each other through a passage formed in the piston plug. When the piston plug has been inserted into the innermost region of the inner cylinder, the passage is cut off. As another invention, the inner cylinder is inserted into the top-opened container body, and its lower end port is closed by a closure plug that will slip off under a downward pressing force. The closure plug has a shape such that when it falls onto the bottom of the container body, it tilts forward, backward, rightward or leftward.



遠心力により上下層に分離された2液相系から下層液だけを取り出すことのできる沈殿管に関する。

上部が開口した容器本体内に、内筒をその上下部で容器本体内と通じる状態で固定する。容器本体内部周面と内筒外周面との間を遠心分離室とする。容器本体の上部開口部をふさぐ密閉蓋に、内筒内に挿入するピストン栓を一体化する。ピストン栓の挿入の途中の段階では、ピストン栓に設けられた通路により遠心分離室の上部とピストン栓の下端面とは通じている。該ピストン栓が内筒内の奥まで挿入された時に該通路は遮断される。

別発明として、上部が開口した容器本体内に内筒を挿入し、その下端口を、下向きの押圧力で抜け落ちる閉塞栓でふさぐ。該閉塞栓は容器本体の底面に落下した際、前後左右いずれかに倒れる形状を有する。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE アラブ首長国連邦
AL アルバニア
AM アルメニア
AT オーストリア
AU オーストラリア
AZ アゼルバイジャン
BA ボスニア・ヘルツェゴビナ
BB ブラジル
BF ベルギー
BG ブルガリア
BH バレー
BR ブラジル
BY ベラルーシ
CA カナダ
CC ココ
CF 中央アフリカ
CG コンゴ
CH スイス
CI コートジボアール
CM カメルーン
CN 中国
CO コロンビア
CZ チェコ
DE ドイツ
DK デンマーク

DM ドミニカ
EE エストニア
FI フィンランド
FR フランス
GA ガンナ
GB 英国
GD グリナダ
GH ガナ
GM ギニア
GN ギニア
GW ギニア
GR ギリシャ
HR クロアチア
HU ハンガリー
ID インドネシア
IE アイルランド
IL イスラエル
IN インド
IT イタリア
JP 日本
KE ケニア
KG キルギスタン
KP 北朝鮮
KR 韓国

KZ カザフスタン
LC ラトビア
LI リヒトシュタイン
LK スリランカ
LR リベリア
LS レソト
LT リトアニア
LV ルーマニア
MA モロッコ
MC モナコ
MD モルドバ
MG マダガスカル
MK マケドニア
ML マリ
MN モンゴル
MR モリタニア
MW モザンビーク
MX メキシコ
NE ニジェール
NL オランダ
NZ ニュージーランド
PL ポーランド
PT ポルトガル
RO ルーマニア

RU ロシア
SD サウジアラビア
SE スウェーデン
SG シンガポール
SI スロベニア
SK スロバキア
SL セネガル
SN セネガル
ST セント・ペドロ・プリンシペ
TD チャド
TG トーゴ
TH タイ
TM トルコ
TR トルコ
TT トリニダード・トバゴ
TZ タンザニア
UG ウガンダ
US アメリカ
UZ ウズベキスタン
VN ベトナム
YU ユーゴスラビア
ZW ジンバブエ

明 細 書

遠心分離用沈殿管

技術分野

この発明は、2つもしくはそれ以上の液相に分離可能である混合液を、遠心力を利用して比重の差により分離する場合に使用される遠心分離用沈殿管（以下、「遠沈管」という）に関する。

背景技術

例えば、血清中に含まれる薬物の濃度を測定する場合には、血清中の薬物をクロロホルムで抽出するようにするが、この場合、血清に緩衝液を添加しさらにクロロホルムを加えた混合液を十分に振盪させた後、遠心分離機を使用して速やかに混合液を水相（上層液）とクロロホルム相（下層液）とに分離させ、クロロホルム相を所定量だけ秤取するようにしている。このように、遠心分離機を使用して2つの液相に分離可能な混合液、例えば水と有機溶媒との混合液を比重の差により上層液と下層液とに分離する場合には、遠沈管が使用される。従来の遠沈管は、上面が開口した管状をなす容器本体と、この容器本体の上面開口を液密に閉塞するキャップとから構成されている。この遠沈管を用いて混合液を上層液と下層液とに分離するには、容器本体に混合液を注入し、容器本体の上面開口にキャップを密嵌させた後、遠沈管を遠心分離機にかける。これにより、遠沈管内の混合液は、比重の差で上層液と下層液とに分離される。遠心力により遠沈管内で分離された上層液と下層液のうち、下層液を分取するには、シリンジを使用して、吸引ノズルを通し上層液の

全部を吸引して容器本体内部から排出し、あるいは、手作業による場合にはホールピペットやピペットなどを使用して、上層液と下層液との境界面を目視で確認しながら上層液の全部を容器本体内部から除去することにより、容器本体内部に下層液だけを残す方法が一般的に行われている。

しかしながら、シリンジにより吸引ノズルを通し上層液の全部を吸引して容器本体内部から取り除く方法では、吸引ノズルによって上層液を吸引する際に液流を生じ、このため、上層液の一部が下層液と混ざり合ってしまう、上層液のみを取り除くことが困難になる、といった問題点がある。また、ホールピペット等を用いた手作業による方法では、上層液を下層液の境界面付近まで排除したときに、液の種類によっては上層液の一部が下層液と混ざり易くなるので、上層液だけを容器本体内部から取り除くには、相当の熟練度を要する、といった問題点がある。

そこで、上記したような問題点を解決する遠沈管として、特開平 9-285740 号公報には、図 12 および図 14 にそれぞれ縦断面図で示されているように、上面が開口した有底の筒状をなす容器本体 160 の上面開口を液密に閉塞するキャップ 162、178 を、密栓部 164、180 と内筒 166、182 と閉塞部 168、184 とから構成した遠沈管が開示されている。これらの遠沈管の密栓部 164、180 は、容器本体 160 の上端部に差し込まれて外周面が密嵌し、中央部に貫通孔 170、186 が形成されている。内筒 166、182 は、容器本体 160 の内径寸法より小さい外径寸法を有し下部が次第に細径に形成された筒状をなしており、その上端部が密栓部 164、180 の貫通孔 170、186 の内周部に固着されて密栓部 164、180 と一体化されている。また、内筒 166、182 は、容器本体 160 の上端部に密栓部

164、180を密嵌させたときに下端が容器本体160の内底面付近に位置する程度の長さに形成されている。図12に示した遠沈管の閉塞部168は、内筒166の下端口に上向きに差し込まれて内筒166の下端口を液密に閉塞する詰め栓によって形成されており、この閉塞部168は、下向きの押圧力、すなわち分注ノズルやピペッタの下端によって下向きに押し付けられる力により容易に脱落するようになっている。また、図14に示した遠沈管の閉塞部184は、内筒182の下端に一体形成された薄板状部によって形成されており、この閉塞部184は、分注ノズルやピペッタの下端によって下向きに押し付けられることにより、容易に破裂するようになっている。

図12および図14に示した遠沈管は、その容器本体160内に遠心力で分離しようとする液体を注入した後、キャップ162、178の内筒166、182が容器本体160内に深く差し入れられ液体中に挿入されるようにして、密栓部164、180を容器本体160の上端部に密嵌させ、この状態で遠心分離機にかけられる。これにより、遠沈管内の液体は、比重の差によって上層液と下層液とに分離される。このとき、キャップ162、178の内筒166、182は、容器本体160内の液体中に挿入されてその下端が容器本体160の内底面付近に位置しているので、内筒166、182の下端は、液密に閉塞されて上層液と下層液との境界面より下方に位置し、内筒166、182の下端付近は下層液中に挿入された状態になっている。このような状態の遠沈管から下層液だけを抽出するには、分注ノズル（もしくは分注ノズルの下端部をなすディスポーザブルチップ（使い捨てチップ））やピペッタの下端部を、キャップ162、178の密栓部164、180の貫通孔170、

186を通り内筒166、182の内方へ深く差し入れ、分注ノズルやピペッタの下端で内筒166、182の下端の閉塞部168、184を下向きに押圧する。これにより、内筒166、182の下端を閉塞している閉塞部168、184が脱落もしくは破裂し、分注ノズルやピペッタの下端が下層液中に挿入される。この後、シリンジを駆動させて分注ノズル内へ液体を吸入し、あるいはピペッタを手動操作してピペッタ内へ液体を吸入すると、分注ノズルやピペッタの下端は下層液中に挿入されているため、下層液だけが分注ノズルやピペッタ内へ吸入される。

ところが、図12および図14に示したような遠沈管では、液体を上層液と下層液とに分離させた後、分注ノズルやピペッタの下端で内筒166、182の下端の閉塞部168、184を下向きに押圧して、内筒166、182の下端を閉塞している閉塞部168、184を脱落もしくは破裂させた際に、内筒166、182内へ下層液が勢い良く流入する。このため、上層液と下層液との境界面が乱され、上層液の一部が下層液側に混ざり込んで下層液と一緒に内筒166、182内へ流入する、といったことが起こる。この結果、上層液の一部が下層液と混ざり合っ分注ノズルやピペッタ内へ吸入され、下層液にコンタミネーションを生じる恐れがある。

また、図12に示したような遠沈管では、図13に示したように、液体を上層液172と下層液174とに分離させた後、分注ノズル176の下端で内筒166の下端の閉塞部168を下向きに押圧して、内筒166の下端を閉塞している閉塞部168を脱落させたときに、閉塞部168は、その下面が平坦であるため、内筒166の下端口の直下に沈降してそのままの姿勢で容器本体160の内底面上に留置される。このた

め、分注ノズル 176 を、その下端が容器本体 160 の内底面に近接するまで差し入れたときに、分注ノズル 176 の下端面が閉塞部 168 の上面に密接し、分注ノズル 176 の下端口が閉塞部 168 によって完全に塞がれてしまう、といったことが起こる。この結果、分注ノズル 176 内へ液体が吸入されなくなる。特に、分注ノズル 176 を昇降駆動させて分注ノズル 176 内への液体の吸入操作を自動化する場合には、このことが大きな問題となる。

また、遠沈管を遠心分離機にかける前において、容器本体 160 内に液体を注入した後、内筒 166 を容器本体 160 内に深く差し入れて液体中に挿入する際に、内筒 166 の下端口に差し込まれた閉塞部 168 の下面によって液体が押し退けられるように流動する。この場合に、図 12 に示したように閉塞部 168 の下面が平坦であると、例えば水相とクロロホルム相との境界面（混合液は、遠心分離前でも比重差によって 2 相に或る程度分離している）を内筒 166 の下端部が通過する際に、閉塞部 168 の下面が境界面の不純物と接触し、閉塞部 168 の下面に不純物が付着したまま、液体が遠心分離される。そして、遠心分離によって分離された下層液 174 が閉塞部 168 の下面と接触することにより、抽出して分析しようとする下層液中に、閉塞部 168 の下面に付着していた不純物が拡散する、といったことが起こる。このため、機器分析の際に悪影響を及ぼすことになる。

発明の開示

この発明は、以上のような事情に鑑みてなされたものであり、遠心力により上層液と下層液とに分離された 2 液相系（あるいはそれ以上の数の液相系）から、全くコンタミネーションを生じることなく確実に下層

液だけを抽出することができる遠沈管を提供することを第1の目的とし、下層液を分注ノズルやヒベッタ内へ常に確実に吸入することができ、また、容器本体内に液体を注入した後に内筒を容器本体内に深く差し入れて液体中に挿入する過程で閉塞部の下面に不純物が付着する、といったことを防止することができる遠沈管を提供することを第2の目的とする。

上記第1の目的を達成する手段として、第1の発明は、上部が開口した有底の筒状をなす容器本体と、この容器本体の上部開口を解放可能に液密に閉塞する密閉手段とを備えた遠沈管において、前記容器本体の内部に、それより小径の内筒を挿入し固定して、容器本体の内周面と内筒の外周面との間に遠心分離室が形成されるようにし、その遠心分離室の上部および下部を前記内筒の内側の抽出室とそれぞれ連通させるとともに、前記内筒内に、その軸線方向に摺動自在にかつ抜脱可能に、下端部が前記容器本体の内底面付近まで挿入されるピストン栓を嵌挿し、前記ピストン栓が前記内筒内へ奥まで差し入れられたときに前記遠心分離室の上部および下部と前記抽出室との連通をそれぞれ遮断し、前記ピストン栓が前記内筒内へ奥まで差し入れられた状態から引き出される途中に前記遠心分離室の上部空間と前記抽出室のピストン栓下端面側の空間とを連通させるようにしたことを特徴とする。

上記構成の第1の発明に係る遠沈管は、その容器本体内に遠心力で分離しようとする液体を注入した後、ピストン栓を内筒内へ奥まで差し入れ、密閉手段によって容器本体の上部開口を液密に閉塞させ、この状態で遠心分離機にかけられる。このとき、ピストン栓の下端部が容器本体の内底面付近まで挿入されることにより、内筒の内側の抽出室に溜まっていた液体は、ピストン栓によって抽出室から容器本体の内周面と内筒

の外周面との間の遠心分離室の下部へ全て押し出される。また、遠心分離中には、遠心分離室の上部および下部と抽出室との連通が遮断されるので、遠心分離室から抽出室内へ液体が流入することはない。そして、遠沈管内の液体は、遠心分離室内において比重の差によって上層液と下層液とに分離される。このとき、内筒の下端位置を適切に設定しておくことにより、内筒の下端は、上層液と下層液との境界面より下方に位置し、内筒の下端部が下層液中に漬かった状態となる。

遠心分離機により遠沈管内で液体が上層液と下層液とに分離させられた後、遠沈管内から下層液だけを抽出するには、密閉手段によって閉塞されていた容器本体の上部開口を開放し、ピストン栓を内筒内からゆっくりと引き出す。これにより、遠心分離室内の下層液が内筒の内側の抽出室内へ緩やかに吸入される。ここで、遠心分離室内から抽出室内へ液体が吸入され続けると、下層液だけでなく上層液まで抽出室内へ流入して、抽出室内で下層液に上層液の一部が混ざり合い、下層液にコンタミネーションを生じることになる。しかし、この遠沈管では、ピストン栓が引き出される途中に、遠心分離室の上部空間と抽出室のピストン栓下端面側の空間とが連通させられる。したがって、抽出室内の下層液の液面と遠心分離室内の上層液の液面とには、それぞれ同じ気圧がかかることになる。このため、ピストン栓がさらに引き出されても、抽出室内の下層液がピストン栓によって吸い上げられることが抑えられる。

以上のように、この遠沈管では、遠心分離室内の下層液は、ピストン栓によって緩やかに内筒の内側の抽出室内へ吸入されるので、遠心分離室内の上層液と下層液との境界面が乱され上層液の一部が下層液側に混ざり込んで下層液と一緒に内筒の内側の抽出室内へ流入する、といった

ことは起こらない。また、遠心分離室の上部空間と抽出室のピストン栓下端面側の空間とが連通させられる時のピストン栓の引上げ位置を適切に設定しておくことにより、下層液だけでなく上層液まで抽出室内へ流入して抽出室内で下層液に上層液の一部が混ざり合う、といったことが起こらない。したがって、ピストン栓が内筒内から完全に引き抜かれた際には、抽出室内に下層液だけが溜まることになる。抽出室内に溜まった下層液は、分注ノズル（手作業による場合はピペット等。以下では、分注ノズルを用いた場合で説明する。）の下端部を内筒内へ深く差し入れ、分注ノズルの下端を下層液中に挿入した後、シリンジを駆動させるなどして、分注ノズル内へ吸入される。この際、内筒の下端位置を適切に設定しておくことにより、分注ノズル内へ下層液を所定量吸入した後も、内筒の下端は、上層液と下層液との境界面より下方に位置した状態となる。

このように、第1の発明に係る遠沈管を使用すると、遠心力により上層液と下層液とに分離された2液相系あるいはそれ以上の数の液相系から、上層液とのコンタミネーションを全く生じることなく確実に下層液だけを抽出することができる。

上記構成の第1の発明に係る遠沈管において、密閉手段とピストン栓とを接続させることができる。

このような構成の遠沈管では、密閉手段とピストン栓とが一体化されているので、密閉手段によって容器本体の上部開口を液密に閉塞させたときに、ピストン栓が内筒内へ奥まで差し入れられ、密閉手段によって閉塞されていた容器本体の上部開口を開放した後、密閉手段を引き上げると、ピストン栓が内筒内へ奥まで差し入れられた状態から引き出され、

操作を手際良く行うことができる。

また、上記構成の第1の発明に係る遠沈管において、ピストン栓が内筒内へ嵌挿されたときに内筒の内周面に液密に密接するシール材を、前記ピストン栓の外周面に挿着することができる。

このような構成の遠沈管では、ピストン栓が内筒内へ奥まで差し入れられたときに、ピストン栓の外周面に挿着されたシール材が内筒の内周面に液密に密接することにより、遠心分離室の上部および下部と抽出室との連通が確実に遮断される。

また、上記構成の第1の発明に係る遠沈管において、内筒の上端面が容器本体の内部で開口して、遠心分離室の上部と内筒の内側の抽出室とが連通し、ピストン栓の内部に、その下端面と外周面とで開口した細孔を形設することができる。

このような構成の遠沈管では、ピストン栓が内筒内へ奥まで差し入れられた状態から引き出される途中に、ピストン栓の内部に形設された細孔の、ピストン栓外周面の開口が内筒の上端を通過することにより、遠心分離室の上部と抽出室のピストン栓下端面側の空間とがピストン栓の細孔を通して確実に連通する。

また、上記構成の第1の発明に係る遠沈管において、内筒に連通孔が穿設されて、その連通孔を通し遠心分離室の上部と内筒の内側の抽出室とが連通し、ピストン栓の内部に、その下端面と外周面とで開口した細孔を形設するとともに、ピストン栓の外周面に、前記細孔と連通する溝もしくは凹面部を形設することができる。

このような構成の遠沈管では、ピストン栓が内筒内へ奥まで差し入れられた状態から引き出される途中に、ピストン栓の外周面に形設された

溝もしくは凹面部の上端部が、内筒に穿設された連通孔を通過することにより、遠心分離室の上部と抽出室のピストン栓下端面側の空間とが、内筒の連通孔、ピストン栓外周面の溝もしくは凹面部と内筒の内周面との間の隙間およびピストン栓の細孔を通して確実に連通する。

また、上記構成の第1の発明に係る遠沈管において、内筒の内径を、その下端部に比べてそれより上側の部分が大きくなるようにすることができる。

このような構成の遠沈管では、ピストン栓が内筒内へ奥まで差し入れられたときに、容器本体の内周面と内筒の外周面との間の遠心分離室の下部および上部と内筒の内側の抽出室との連通がそれぞれ遮断される一方、ピストン栓を、それが内筒内へ奥まで差し入れられた状態から引き出す途中において、ピストン栓の下端部外周面と内筒の、その内径が大きくされた内周面との間に隙間が形成されることにより、遠心分離室の上部空間と抽出室のピストン栓下端面側の空間とが、前記隙間を通して確実に連通することになる。

また、上記した第1の目的および第2の目的を達成する手段として、第2の発明は、上部が開口した有底の筒状をなす容器本体と、この容器本体の内径寸法より小さい外径寸法を有する筒状をなし、容器本体の内部に挿入されて下端が容器本体の内底面付近に位置するように保持される内筒と、この内筒の下端部に嵌脱自在に嵌合されて内筒の下端口を液密に閉塞し、下向きの押圧力によって内筒の下端部から容易に脱落する閉塞栓と、前記容器本体の内周面と前記内筒の外周面との間に形成される遠心分離室を密閉する密閉手段とを備えた遠沈管において、前記閉塞栓の下面側を、閉塞栓が前記内筒の下端部から脱落して前記容器本体の

内底面に達した際に脱落位置から前後左右いずれかに倒れる形状に形成したことを特徴とする。

上記構成の第2の発明に係る遠沈管では、遠心力で分離しようとする液体を容器本体内に注入した後、内筒を容器本体内に深く差し入れて液体中に挿入するとともに、容器本体の内周面と内筒の外周面との間に形成される遠心分離室を密閉手段によって密閉する。遠沈管は、この状態で遠心分離機にかけられる。遠心分離機により、遠沈管内の液体は、比重の差によって上層液と下層液とに分離される。このとき、内筒は、容器本体内の液体中に挿入されてその下端が容器本体の内底面付近に位置しているので、内筒の下端は、液密に閉塞されて上層液と下層液との境界面より下方に位置し、内筒の下端付近は下層液中に挿入された状態になっている。このような状態の遠沈管から下層液だけを抽出するには、分注ノズルの下端部を、内筒の内方へ深く差し入れ、分注ノズルの下端で内筒下端の閉塞栓を下向きに押圧する。これにより、内筒の下端を閉塞していた閉塞栓が脱落し、分注ノズルの下端が下層液中に挿入される。内筒の下端部から脱落した閉塞栓は、内筒の下端口の直下に沈降する。そして、容器本体の内底面に到達した閉塞栓は、脱落位置から前・後または左・右のいずれかに倒れる。このため、分注ノズルの下端を容器本体の内底面に近接するまで差し入れても、分注ノズルの下端が閉塞栓に密接して下端口全体が閉塞栓によって塞がれてしまう、といったことは起こらない。従って、分注ノズル内へ下層液が確実に吸入されることになる。

このように、第2の発明に係る遠沈管を使用すると、遠心力により上層液と下層液とに分離された2液相系あるいはそれ以上の数の液相系が

ら、下層液を分注ノズルやピペット内へ常に確実に吸入することができ、従って、上層液とのコンタミネーションを全く生じることなく確実に下層液だけを抽出することができ、また、特に分注ノズルを昇降駆動させて分注ノズル内への液体の吸入操作を自動化する場合における操作ミスを防止することができる。

上記構成の第2の発明に係る遠沈管において、閉塞栓の下面側を錐状に形成することができる。

このような構成の遠沈管では、内筒の下端部から脱落して容器本体の内底面に到達した閉塞栓は、その下面側が錐状に形成されているので、確実に前・後または左・右のいずれかに倒れる。このため、分注ノズルの下端を容器本体の内底面に近接するまで差し入れても、分注ノズルの下端が閉塞栓に密接して下端口全体が閉塞栓によって塞がれてしまう、といったことは起こらない。

また、容器本体内に液体を注入した後、内筒を容器本体内に深く差し入れて液体中に挿入すると、内筒の下端口に差し込まれた閉塞栓の下面側によって液体が押し退けられるように流動するが、閉塞栓の下面側が錐状に形成されているため、例えば水相とクロロホルム相との境界面を内筒の下端部が通過する際に、閉塞栓の下面側が不純物と接触しても、不純物は液体と共に閉塞栓の錐状の下面側に沿って上方へ流動し、閉塞栓の下面側に不純物が付着することがない。従って、遠心分離によって分離された下層液中に、閉塞栓の下面側に付着した不純物が拡散する、といったことが防止され、機器分析結果の信頼性を向上させることができる。

また、上記構成の第2の発明に係る遠沈管において、内筒の上端部に、

容器本体の上端縁に液密部材を介在させてもしくは直接に係合して密接する鏝部を形成し、前記容器本体の上端部外周面にねじ部を形成して、密閉手段を、前記容器本体の上端部に冠着され前記ねじ部に螺合するねじ部を有し上面中央部に貫通孔が形成されたキャップにより構成し、そのキャップを容器本体の上端部にねじ込むことにより、容器本体の内周面と前記内筒の外周面との間に形成される遠心分離室が気密に密閉され、キャップを緩めることにより遠心分離室が外気と連通するようにすることができる。

このような構成の遠沈管では、遠心分離機により液体を遠心分離しようとする際には、容器本体内から内筒を抜き出した状態で容器本体内に液体を注入した後、容器本体の内部へ内筒を挿入し、続いて、容器本体の上端部にキャップを被せてねじ込む。これにより、内筒の上端部の鏝部がキャップ上面の貫通孔の周縁部によって容器本体の上端縁に液密部材を介在させてもしくは直接に押し付けられ、内筒の鏝部と容器本体の上端縁とが密接して、容器本体の内周面と内筒の外周面との間に形成された遠心分離室が気密かつ液密に密閉される。また、遠心分離後に、遠沈管内から下層液を抽出する際には、容器本体の上端部に被せられたキャップを緩める。これにより、内筒の鏝部と容器本体の上端縁との間の密接状態が解かれ、容器本体上部の内周面と内筒上部の外周面との間の隙間および内筒の鏝部と容器本体の上端縁との間の隙間を通して遠心分離室が外気と連通する。このため、引き続いて分注ノズルの下端で内筒の下端部の閉塞栓を下向きに押圧して脱落させた際に、気相部のガス圧により、内筒内へ下層液が勢い良く流入して上層液と下層液との境界面が乱され上層液の一部が下層液側に混ざり込んで下層液と一緒に内筒内

へ流入する、といったことが起こる心配が無く、上層液とのコンタミネーションを生じることなく確実に下層液だけを抽出することができる。

図面の簡単な説明

図 1 は、第 1 の発明の 1 実施形態を示し、遠沈管を容器本体とキャップ部とに分離させ容器本体の一部を破断した状態で示す正面図である。図 2 は、図 1 に示した遠沈管の、容器本体にキャップ部を装着した状態を示す縦断面図である。図 3 は、図 2 の III - III 矢視断面図である。図 4 は、図 1 に示した遠沈管を使用し、液体を遠心分離して下層液だけを抽出する操作を各工程ごとに説明するための部分縦断面図である。図 5 は、図 1 に示した遠沈管を使用して液体を遠心分離した後、下層液だけを抽出する操作における最終工程を説明するための縦断面図である。図 6 は、第 1 の発明の別の実施形態を示し、容器本体にキャップ部を装着した状態を示す遠沈管の縦断面図である。図 7 は、第 1 の発明のさらに別の実施形態を示し、容器本体にキャップ部を装着した状態を示す遠沈管の縦断面図である。図 8 は、第 1 の発明の実施形態の変形例を示し、容器本体の内筒内にキャップ部のピストン栓を嵌挿した状態を示す遠沈管の部分縦断面図である。図 9 は、第 2 の発明の 1 実施形態を示し、遠沈管の縦断面図である。図 10 は、図 9 に示した遠沈管を各構成要素に分離させた状態で示す斜視図である。図 11 は、図 9 および図 10 に示した遠沈管を使用し、混合液を上層液と下層液とに分離して下層液のみを抽出する操作について説明するための部分縦断面図である。図 12 は、従来の遠沈管の構成の 1 例を、容器本体にキャップ部を装着した状態で示す縦断面図である。図 13 は、図 12 に示した従来の遠沈管を使用して下層液を抽出する場合における問題点を説明するための縦断面図であ

る。図 1 4 は、従来の遠沈管の別の構成例を、容器本体にキャップ部を装着した状態で示す縦断面図である。

発明を実施するための最良の形態

図 1 ないし図 3 は、第 1 の発明の 1 実施形態を示し、図 1 は、遠沈管を容器本体とキャップ部とに分離させ容器本体の一部を破断した状態で示す正面図であり、図 2 は、容器本体にキャップ部を装着した状態を示す縦断面図、図 3 は、図 2 の III - III 矢視断面図である。

この遠沈管は、上部が開口した有底の筒状をなす容器本体 1 0 と、この容器本体 1 0 の上部に着脱自在に係合し容器本体 1 0 の上部開口を液密に閉塞するキャップ部 1 2 とから構成されている。容器本体 1 0 の上端部の外周面にはねじ部 1 4 が形設されており、容器本体 1 0 の内部には、容器本体 1 0 より小径の内筒 1 6 が、互いの軸心線を一致させるようにして挿入され、容器本体 1 0 の内壁面に上・下のブリッジ 1 8 を介して内筒 1 6 が固定されている。内筒 1 6 は、上端および下端が開口した円筒状をなし、上端面が容器本体 1 0 の上部開口面と対向するように容器本体 1 0 の内部で開口し、下端面が容器本体 1 0 の内底面と対向するように容器本体 1 0 の内底部で開口している。そして、容器本体 1 0 の内周面と内筒 1 6 の外周面との間に遠心分離室 2 0 が形成され、内筒 1 6 の内側が抽出室 2 2 となっている。遠心分離室 2 0 の上部および下部は、内筒 1 6 の上端開口面および下端開口面とそれぞれ空間的に連通している。容器本体 1 0 および内筒 1 6 は、例えばガラスによって形成され、特に容器本体 1 0 は、遠心荷重に耐えることができるように厚手のガラスで形成される。

キャップ部 1 2 は、密閉蓋 2 4 と棒状のピストン栓 2 6 とから構成さ

れ、それらが止め具 28 によって連結され一体化されている。密閉蓋 24 の内側面には、容器本体 10 の上端部のねじ部 14 と螺合するねじ部 30 が形設されており、密閉蓋 24 を容器本体 10 の上端部に被せて螺入することにより、容器本体 10 の上部開口を液密に閉塞することが可能である。ピストン栓 26 は、容器本体 10 の内筒 16 内に嵌挿することができるとともに内筒 16 内から抜き出すことができるように、その外径寸法が内筒 16 の内径寸法より僅かに小さくされている。ピストン栓 26 の長さは、図 2 に示すように、密閉蓋 24 を容器本体 10 の上端部に最後までねじ込んでピストン栓 26 を内筒 16 内へ最も奥まで差し入れたときに、その下端部が容器本体 10 の内底面付近まで挿入され内筒 16 の下端から僅かに突き出る程度とされる。ピストン栓 26 は、例えばフッ素樹脂によって形成される。

ピストン栓 26 の外周面には、その下端付近および上部にそれぞれシール材、例えばオーリング 32、34 が挿着されている。そして、ピストン栓 26 を内筒 16 内へ嵌挿させたときに、それぞれのオーリング 32、34 は、内筒 16 の内周面に液密に密接し、かつ、ピストン栓 26 がその軸線方向に摺動自在となるように内筒 16 の内周面に摺接する。ピストン栓 26 の軸線方向における各オーリング 32、34 の挿着位置は、図 2 に示すように、密閉蓋 24 を容器本体 10 の上端部に最後までねじ込んでピストン栓 26 を内筒 16 内へ奥まで差し入れたときに、内筒 16 の上端近傍および下端近傍にそれぞれ停止するような位置とされる。このため、ピストン栓 26 を内筒 16 内へ奥まで差し入れた状態では、遠心分離室 20 の下部および上部と内筒 16 の内側の抽出室 22 とは、各オーリング 32、34 によって空間的な連通がそれぞれ完全に遮

断される。なお、Ｏーリング 3 2、3 4 をピストン栓 2 6 の外周面に挿着する代わりに、Ｏーリングを内筒 1 6 の内周面の上端近傍および下端近傍にそれぞれ内挿して固着するようにしてもよい。

また、ピストン栓 2 6 には、その内部に細孔 3 6 が形設され、細孔 3 6 は、ピストン栓 2 6 の下端面と外周面の複数個所で開口している。細孔 3 6 の、ピストン栓 2 6 の外周面の開口位置は、ピストン栓 2 6 の外周面へのＯーリング 3 4 の挿着位置に近接しその僅かに下側とされる。

次に、以上のような構成を有する遠沈管を使用し、液体を遠心分離して下層液だけを抽出する操作を図 4 および図 5 に基づいて説明する。

まず、容器本体 1 0 からキャップ部 1 2 を取り外した状態で、容器本体 1 0 内へ遠心力で分離しようとする液体を注入する。血清中に含まれる薬物をクロロホルムで抽出する場合を例にとると、例えば 0. 5 c c の血清、0. 5 c c の緩衝液および 3. 5 c c のクロロホルムを順次容器本体 1 0 内へ注入する。次に、図 2 に示すように、ピストン栓 2 6 を内筒 1 6 内へ嵌挿して密閉蓋 2 4 を容器本体 1 0 の上端部に被せ、密閉蓋 2 4 を容器本体 1 0 の上端部に最後までねじ込みピストン栓 2 6 を内筒 1 6 の最も奥まで差し入れて、ピストン栓 2 6 の下端部が容器本体 1 0 の内底面付近まで挿入され内筒 1 6 の下端から僅かに突き出た状態にする。これにより、容器本体 1 0 の内部は液密に閉塞され、内筒 1 6 の内側の抽出室 2 2 に溜まっていた液体（クロロホルム）は、ピストン栓 2 6 によって抽出室 2 2 の下部から容器本体 1 0 の内周面と内筒 1 6 の外周面との間の遠心分離室 2 0 の下部へ全て押し出される。この状態の遠沈管を振盪機にかけた後、遠心分離機にかける。この際、遠心分離室 2 0 の下部および上部と内筒 1 6 の内側の抽出室 2 2 とは、各Ｏーリン

グ 3 2、3 4 によって空間的な連通がそれぞれ完全に遮断されているので、遠心分離中は、遠心分離室 2 0 から抽出室 2 2 内へ液体が流入することはない。このため、遠沈管内の液体は、図 4 の (a) に部分縦断面図を示すように、遠心分離室 2 0 内において比重の差によって上層液 (水層) 3 8 と下層液 (クロロホルム) 4 0 とに分離される。この際に、内筒 1 6 の下端が上層液 3 8 と下層液 4 0 との境界面より下方に位置し、内筒 1 6 の下端部が下層液 4 0 中に漬かった状態となるように、上述した液体の注入量を調節しておくようにする。

遠心分離操作が終わると、遠心分離機から遠沈管を取り出し、キャップ部 1 2 の密閉蓋 2 4 を捻って容器本体 1 0 の上端部から取り外す。そして、図 4 の (b) に示すように、ピストン栓 2 6 を内筒 1 6 内からゆっくりと引き出す。これにより、遠心分離室 2 0 内の下層液 4 0 が内筒 1 6 の内側の抽出室 2 2 内へ緩やかに吸入される。このように、遠心分離室 2 0 内の下層液 4 0 は、ピストン栓 2 6 によって緩やかに抽出室 2 2 内へ吸入されるので、この抽出室 2 2 内への下層液 4 0 の吸入過程で、遠心分離室 2 0 内の上層液 3 8 と下層液 4 0 との境界面が乱され上層液 3 8 の一部が下層液 4 0 側に混ざり込んで下層液 4 0 と一緒に抽出室 2 2 内へ流入する、といったことは起こらない。

引き続いてピストン栓 2 6 を引き出していく途中に、ピストン栓 2 6 の外周面に挿着された O リング 3 4 が内筒 1 6 の上端縁から離脱し、ピストン栓 2 6 の内部に形設された細孔 3 6 の、ピストン栓 2 6 外周面の開口が内筒 1 6 の上端を通過すると、遠心分離室 2 0 の上部空間と抽出室 2 2 のピストン栓 2 6 下端面側の空間とがピストン栓 2 6 の細孔 3 6 を通して連通することになる。これにより、抽出室 2 2 内の下層液 4

0の液面と遠心分離室20内の上層液38の液面とに、それぞれ同じ気圧がかかることになる。このため、図4の(c)に示すように、ピストン栓26をさらに引き出していっても、抽出室22内の下層液40がピストン栓26によって吸い上げられることが抑えられるので、下層液40だけでなく上層液38まで抽出室22内へ流入して抽出室22内で下層液40に上層液38の一部が混ざり合う、といったことは起こらない。

内筒16内からピストン栓26が完全に引き抜かれると、図4の(d)に示すように、遠心分離室20内の上層液38の液面と抽出室22内の下層液40の液面とがほぼ一致した状態、正確には、比重の関係で、抽出室22内の下層液(クロロホルム)40の液面が遠心分離室20内の上層液(水層)38の液面より少しだけ下方になる。この際に、抽出室22内に下層液40だけが溜まった状態となるように、上述したクロロホルムの注入量を調節しておくようにする。抽出室22内に溜まった下層液40を自動分注装置(図示せず)により抽出するには、遠沈管を固定し、ノズル駆動機構(図示せず)により、図5に示すように、分注ノズル42を下降させて、分注ノズル42の下端部をなしているディスポーザブルチップ(使い捨てチップ)44の下端部を容器本体10の上部開口を通して内筒16内へ深く差し入れる。そして、ディスポーザブルチップ44の下端を下層液40中に挿入した後、シリンジ(図示せず)を駆動させることにより、ディスポーザブルチップ44の下端口を通してチップ44内へ下層液40を吸入する。また、手作業による場合は、同様に、ピペット(図示せず)の下端部を容器本体10の上部開口を通して内筒16内へ深く差し入れ、ピペットの下端を下層液40中に挿入した後、ピペット内へ下層液40を吸入する。

次に、図 6 は、第 1 の発明の別の実施形態を示し、容器本体にキャップ部を装着した状態を示す遠沈管の縦断面図である。

この遠沈管の容器本体 4 6 の内部には、その上端開口部付近から内底面付近まで内筒 4 8 が挿入され、容器本体 4 6 の、キャップ部 5 0 の密閉蓋 5 2 が被される口部の内周面に、内筒 4 8 の上端部外周面が溶着されて、容器本体 4 6 に内筒 4 8 が一体化されて固定されている。したがって、容器本体 4 6 の内周面と内筒 4 8 の外周面との間に形成される遠心分離室 5 4 の上部は、空間的に閉塞されている。一方、内筒 4 8 には、遠心分離室 5 4 の上部に対応する位置に複数の連通孔 5 6 が穿設されており、それらの連通孔 5 6 を通して遠心分離室 5 4 の上部と内筒 4 8 の内側の抽出室 5 8 とが連通している。

キャップ部 5 0 の密閉蓋 5 2 に止め具 6 0 によって連結され一体化された棒状のピストン栓 6 2 は、内筒 4 8 の全長にわたって嵌挿され、ピストン栓 6 2 を内筒 4 8 内へ最も奥まで差し入れたときに、その下端部が容器本体 4 6 の内底面付近まで挿入され内筒 4 8 の下端から僅かに突き出る程度の長さのピストン栓 6 2 が形成されている。また、ピストン栓 6 2 の外周面には、その下端付近、および、ピストン栓 6 2 が内筒 4 8 内へ奥まで差し入れられたときに内筒 4 8 の連通孔 5 6 を液密に塞ぐ位置に、それぞれ O リング 6 4、6 6 が挿着されている。このため、図 1 ないし図 3 に示した遠沈管と同様に、ピストン栓 6 2 を内筒 4 8 内へ奥まで差し入れた状態では、遠心分離室 5 4 の下部および上部と内筒 4 8 の内側の抽出室 5 8 とは、各 O リング 6 4、6 6 によって空間的な連通がそれぞれ完全に遮断されるようになっている。

ピストン栓 6 2 の内部には、ピストン栓 6 2 の下端面と外周面の複数

個所で開口する細孔 6 8 が形設されている。また、ピストン栓 6 2 の外周面は、上・下のオーリング 6 4、6 6 の両挿着位置の間が細径に形成されて凹面部 7 0 となっており、その凹面部 7 0 に連通するように細孔 6 8 が形成されている。なお、ピストン栓 6 2 の外周面を部分的に細径に形成して凹面部 7 0 とする代わりに、ピストン栓の外周面に細孔と連通する複数本の縦溝を形設するようにしてもよい。図 6 中の符号 7 2 は、パッキンを示す。

また、図 7 は、第 1 の発明のさらに別の実施形態を示し、容器本体にキャップ部を装着した状態を示す遠沈管の縦断面図である。

この遠沈管は、容器本体 7 4 の内部に内筒 7 6 を挿脱可能に挿入し固定することができるようになっている。すなわち、内筒 7 6 は、容器本体 7 4 の口部に密接するような外径寸法に形成され、上端付近に環状突起部 7 8 を有しており、内筒 7 6 を容器本体 7 4 内へ挿入して環状突起部 7 8 を容器本体 7 4 の上端面に、パッキン 8 0 を介在させて密着させた後、内周面にねじ部 8 4 が形設され内筒 7 6 の上端部に嵌合する円筒状の固定具 8 2 を、容器本体 7 4 の上端部に被せて容器本体 7 4 のねじ部 8 6 に螺入することにより、容器本体 7 4 に内筒 7 6 が固定される。容器本体 7 4 から内筒 7 6 を分離させるときは、容器本体 7 4 の上端部から固定具 8 2 を取り外した後、内筒 7 6 を容器本体 7 4 内から引き抜くようにすればよい。

内筒 7 6 には、図 6 に示した遠沈管と同様に、容器本体 7 4 の内周面と内筒 7 6 の外周面との間に形成される遠心分離室 8 8 の上部と内筒 7 6 の内側の抽出室 9 0 とを連通させる複数個の連通孔 9 2 が穿設されている。さらに、内筒 7 6 の上端部内周面には、ねじ部 9 4 が形設されて

いる。

また、図 7 に示した遠沈管は、キャップ部 9 6 を構成する密閉蓋 9 8 と棒状のピストン栓 1 0 0 とがフッ素樹脂等により一体成形されている。密閉蓋 9 8 と接続するピストン栓 1 0 0 の上端部外周面には、内筒 7 6 の上端部外周面のねじ部 9 4 と螺合するねじ部 1 0 2 が形設されている。そして、ピストン栓 1 0 0 を内筒 7 6 内へ嵌挿し、ピストン栓 1 0 0 の上端部を内筒 7 6 の上端部に螺入することにより、密閉蓋 9 8 によって内筒 7 6 の上端開口面を液密に閉塞することができるようになっている。また、ピストン栓 1 0 0 には、図 6 に示した遠沈管と同様に、その外周面に 2 つのＯーリング 1 0 4、1 0 6 が挿着されており、ピストン栓 1 0 0 を内筒 7 6 内へ奥まで差し入れたときに、遠心分離室 8 8 の下部および上部と内筒 7 6 の内側の抽出室 9 0 とが、各Ｏーリング 1 0 4、1 0 6 によって空間的な連通がそれぞれ完全に遮断されるようになっている。さらに、ピストン栓 1 0 0 には、その内部に、ピストン栓 1 0 0 の下端面と外周面の複数個所で開口する細孔 1 0 8 が形設され、外周面に、上・下のＯーリング 1 0 4、1 0 6 の両挿着位置の間に凹面部 1 1 0 が形設されている。

図 6 および図 7 にそれぞれ示した各遠沈管を用いた下層液の抽出操作も、図 1 ないし図 3 に示した遠沈管を使用した場合と同様に行われるが、遠心分離操作が終了した後、遠沈管内から下層液を抽出するときに、図 6 および図 7 に示した各遠沈管では、ピストン栓 6 2、1 0 0 を引き出していく途中に、ピストン栓 6 2、1 0 0 の外周面に挿着されたＯーリング 6 6、1 0 6 が内筒 4 8、7 6 の連通孔 5 6、9 2 から上方へ位置ずれし、ピストン栓 6 2、1 0 0 の外周面に形設された凹面部 7 0、1

10の上端部が、内筒48、76の連通孔56、92を通過することにより、遠心分離室54、88の上部と抽出室58、90のピストン栓62、100下端面側の空間とが、内筒48、76の連通孔68、108、ピストン栓62、100外周面の凹面部70、110と内筒48、76の内周面との間の隙間およびピストン栓62、100の細孔68、108を通して連通する。これにより、抽出室58、90内の下層液の液面と遠心分離室54、88内の上層液の液面とに、それぞれ同じ気圧がかかることになる。

以上の各実施形態では、ピストン栓26、62、100が内筒16、48、76内へ奥まで差し入れられた状態から引き出される途中に、遠心分離室20、54、88の上部と抽出室22、58、90のピストン栓26、62、100下端面側の空間とを連通させるために、ピストン栓26、62、100の内部に細孔36、68、108を形設するようにしたが、そのような機能を果たす連通手段は、ピストン栓26、62、100の内部に形設される細孔36、68、108に限らない。例えば、図8に示すように、本体容器112の内部に挿入されて固定される内筒114の内径を、下端部に比べてそれより上側の部分が大きくなるようにし、ピストン栓120を内筒114内へ奥まで差し入れたときに、ピストン栓120の外周面の下端付近に挿着されたオーリング122が、内筒114の厚肉部（小内径部）116の内周面に密接し、ピストン栓120の外周面の上部に挿着されたオーリング124が、内筒114の薄肉部（大内径部）118の内周面に密接するような構成とする。このような構成とすることにより、ピストン栓120を内筒114内へ奥まで差し入れた状態において、容器本体112の内周面と内筒114の外

周面との間の遠心分離室 1 2 6 の下部および上部と内筒 1 1 4 の内側の抽出室 1 2 8 とは、各Ｏーリング 1 2 2、1 2 4 によって空間的な連通がそれぞれ完全に遮断され、一方、ピストン栓 1 2 0 を、それが内筒 1 1 4 内へ奥まで差し入れられた状態から引き出す途中において、ピストン栓 1 2 0 の外周面の下端付近に挿着されたＯーリング 1 2 2 が内筒 1 1 4 の厚肉部 1 1 6 から離脱した以降に、遠心分離室 1 2 6 の上部空間と抽出室 1 2 8 のピストン栓 1 2 0 下端面側の空間とが、内筒 1 1 4 の薄肉部 1 1 8 の内周面とピストン栓 1 2 0 の外周面との間の隙間を通して連通することになる。

次に、図 9 および図 1 0 は、第 2 の発明の 1 実施形態を示し、図 9 は、遠沈管の縦断面図であり、図 1 0 は、遠沈管を各構成要素に分離させた状態で示す斜視図である。

この遠沈管は、上部が開口した有底の筒状をなす容器本体 1 3 0、この容器本体 1 3 0 の内部に挿入される内筒 1 3 2、容器本体 1 3 0 の上端部に冠着されるキャップ 1 3 4 などを備えて構成されている。容器本体 1 3 0 の上端部の外周面には、ねじ部 1 3 6 が形設されており、キャップ 1 3 4 の内周面には、容器本体 1 3 0 のねじ部 1 3 6 に螺合するねじ部 1 3 8 が形設されている。また、キャップ 1 3 4 には、上面中央部に貫通孔 1 4 0 が形成されている。そして、キャップ 1 3 4 と内筒 1 3 2 とは、キャップ 1 3 4 の内側に介挿された接続リング 1 4 2 により、互いに連結されて一体化している。

内筒 1 3 2 は、容器本体 1 3 0 の内径寸法より小さい外径寸法を有し下部が次第に細径に形成された筒状をなしている。内筒 1 3 2 の上端部には銚部 1 4 4 が形成されており、内筒 1 3 2 を容器本体 1 3 0 の内部

に挿入したときに、鏝部 1 4 4 が液密部材、例えばオーリング 1 4 6 を介在させて容器本体 1 3 0 の上端縁に係合し適宜密接するようになってゐる。なお、鏝部 1 4 4 が容器本体 1 3 0 の上端縁に適宜密接可能であれば、オーリング 1 4 6 を特に介挿しなくてもよい。内筒 1 3 2 を容器本体 1 3 0 の内部に挿入することにより、容器本体 1 3 0 の内周面と内筒 1 3 2 の外周面との間に遠心分離室 1 4 8 が形成される。また、内筒 1 3 2 を容器本体 1 3 0 の内部に挿入した状態では、内筒 1 3 2 の上部外周面と容器本体 1 3 0 の上部内周面との間に、通気可能な程度の極く僅かな隙間がある。内筒 1 3 2 の長さは、内筒 1 3 2 を容器本体 1 3 0 の奥まで挿入したときに下端が容器本体 1 3 0 の内底面付近に位置する程度とされている。

内筒 1 3 2 の下端部には、その下端口に閉塞栓 1 5 0 が上向きに差し込まれており、内筒 1 3 2 の下端口が液密に閉塞されている。閉塞栓 1 5 0 は、下向きの押圧力、すなわち分注ノズルやピペッタ等の下端によって下向きに押し付けられる力により容易に脱落するようになっている。この閉塞栓 1 5 0 は、下面側が円錐状や角錐状の錐状に形成されている。

次に、以上のような構成を有する遠沈管を使用し、液体を遠心分離して下層液だけを抽出する操作を図 1 1 に基づいて説明する。

まず、容器本体 1 3 0 からキャップ 1 3 4 を外し内筒 1 3 2 を抜き出した状態で、容器本体 1 3 0 内に遠心力で分離しようとする混合液を注入する。血清中に含まれる薬物をクロロホルムで抽出する場合を例にとると、例えば 0.5 c c の血清、0.5 c c の緩衝液および 3.5 c c のクロロホルムを順次容器本体 1 3 0 内へ注入する。次に、内筒 1 3 2 を容器本体 1 3 0 内に深く差し入れて液体中に挿入した後、キャップ 1

34を容器本体130の上端部に被せて最後までねじ込む。これにより、内筒132の上端部の鏝部144がキャップ134上面の貫通孔140の周縁部によって容器本体130の上端縁にOーリング146を介在させて押し付けられる。そして、内筒132の鏝部144と容器本体130の上端縁とが密接して、容器本体130の内周面と内筒132の外周面との間に形成された遠心分離室148が気密かつ液密に密閉される。この状態の遠沈管を振盪機にかけて血清中の薬物をクロロホルム中へ移行させた後、遠心分離機にかける。これにより、図11の(a)に示すように、遠心分離室148に収容された液体が比重の差によって上層液(水層)152と下層液(クロロホルム)154とに分離される。このとき、図11の(a)に示したように、内筒132は、その下端が容器本体130の内底面付近に位置しているため、内筒132の下端は、上層液152と下層液154との境界面156より下方に位置している。このため、内筒132の下端付近は、下層液154中に挿入された状態になっている。

遠心分離操作が終わると、遠心分離機から遠沈管を取り出し、自動分注装置(図示せず)により遠沈管から下層液だけを抽出する。これには、まず、容器本体130の上端部に被せられたキャップ134を捻って緩める。これにより、内筒132の鏝部144と容器本体130の上端縁との間の密接状態が解かれ、容器本体130上部の内周面と内筒132上部の外周面との間の隙間および内筒132の鏝部144と容器本体130の上端縁との間の隙間を通して遠心分離室148が外気と連通する。そして、この状態の遠沈管を自動分注装置の取付け部に固定する。続いて、ノズル駆動機構により分注ノズルを下降させ、図9に示したように、

分注ノズルの下端部をなしているディスポーザブルチップ（以下、「ディスポチップ」という）158を、遠沈管のキャップ134の貫通孔140を通して内筒132の内方へ深く差し入れる。そして、図11の（a）に示したように、ディスポチップ158の下端で内筒132下端の閉塞栓150を下向きに押圧することにより、図11の（b）に示すように、閉塞栓150を内筒132の下端口から脱落させ、ディスポチップ158の下端を下層液154中に挿入させる。このとき、上記したように遠心分離室148は外気と連通しているため、閉塞栓150を内筒132の下端口から脱落させても、気相部のガス圧により内筒132内へ液体が勢い良く流入する、といったことは起こらない。

内筒132の下端口から脱落した閉塞栓150は、内筒132の下端口の直下に沈降し、容器本体130の内底面に到達した閉塞栓150は、その下面側が錐状に形成されているので、前・後または左・右のいずれかに倒れる。このため、図11の（c）に示すように、ディスポチップ158の下端を容器本体130の内底面に近接するまで差し入れても、ディスポチップ158の下端部によって閉塞栓150が押し退けられ、あるいはディスポチップ158の下端面の一部が閉塞栓150と接触するだけで、ディスポチップ158の下端面が閉塞栓150に密接して下端口全体が閉塞栓150によって塞がれてしまう、といったことは起こらない。

ディスポチップ158の下端は下層液154中に挿入されているため、この後、分注ノズルに接続されているシリンジを駆動させることにより、ディスポチップ158の下端口を通してディスポチップ158内に下層液154が吸入される。このとき、上記したようにディスポチップ15

8の下端口が閉塞栓150によって塞がれることはないので、ディスポチップ158内へ下層液154が確実に吸入されることになる。また、このとき、ディスポチップ158の下端は上層液152と下層液154との境界面156よりずっと下方に位置しているため、上層液152の一部が下層液154と混ざり合っコンタミネーションを生じる、といった心配は全く無い。

なお、上記した実施形態では、内筒132とキャップ134とが分離しているが、図12に示したように内筒とキャップとを一体化ないしは一体形成するようにしてもよい。また、図11に基づいた上記説明では、自動分注装置により遠沈管から下層液だけを抽出するようにしているが、ホールピペット等を使用して手作業により遠沈管から下層液だけを抽出することも、勿論可能である。

また、上記した実施形態では、閉塞栓150の下面側を錐状に形成しているが、閉塞栓の下面側の形状は、閉塞栓が内筒の下端部から脱落して容器本体の内底面に達した際に脱落位置から前後左右いずれかに倒れるのであれば、錐状以外の形状でもよく、例えば、閉塞栓の下面の中央部に棒状突起を形成したものでもよい。

産業上の利用の可能性

この発明に係る遠沈管は、自動抽出装置により、例えば血清中に含まれる薬物を溶媒抽出したり、自動濃度測定装置により、血清中に含まれる薬物を溶媒抽出してその薬物濃度を自動的に測定したりする場合において、血清にクロロホルム等の溶媒を加えた混合液を、振盪させた後に遠心分離機により比重の差を利用して水相と溶媒相とに分離する際に使用される。この遠沈管を使用すると、上層液とのコンタミネーションを

生じることなく確実に下層液だけを抽出することが可能になる。

請 求 の 範 囲

1. 上部が開口した有底の筒状をなす容器本体と、

この容器本体の上部開口を解放可能に液密に閉塞する密閉手段とを備えた遠心分離用沈殿管において、

前記容器本体の内部に、それより小径の内筒を挿入し固定して、容器本体の内周面と内筒の外周面との間に遠心分離室が形成されるようにし、その遠心分離室の上部および下部を前記内筒の内側の抽出室とそれぞれ連通させるとともに、

前記内筒内に、その軸線方向に摺動自在にかつ抜脱可能に、下端部が前記容器本体の内底面付近まで挿入されるピストン栓を嵌挿し、

前記ピストン栓が前記内筒内へ奥まで差し入れられたときに前記遠心分離室の上部および下部と前記抽出室との連通をそれぞれ遮断し、前記ピストン栓が前記内筒内へ奥まで差し入れられた状態から引き出される途中に前記遠心分離室の上部空間と前記抽出室のピストン栓下端面側の空間とを連通させるようにしたことを特徴とする遠心分離用沈殿管。

2. 前記密閉手段と前記ピストン栓とが接続された請求の範囲第1項記載の遠心分離用沈殿管。
3. 前記ピストン栓が前記内筒内へ嵌挿されたときに内筒の内周面に液密に密接するシール材が、前記ピストン栓の外周面に挿着された請求の範囲第1項または第2項記載の遠心分離用沈殿管。
4. 前記内筒の上端面が前記容器本体の内部で開口して、前記遠心分離室の上部と内筒の内側の抽出室とが連通し、

前記ピストン栓の内部に、その下端面と外周面とで開口した細孔が形設された請求の範囲第1項ないし第3項のいずれかに記載の遠心分離用沈殿管。

5. 前記内筒に連通孔が穿設されて、その連通孔を通し前記遠心分離室の上部と内筒の内側の抽出室とが連通し、

前記ピストン栓の内部に、その下端面と外周面とで開口した細孔が形設されるとともに、前記ピストン栓の外周面に、前記細孔と連通する溝もしくは凹面部が形設された請求の範囲第1項ないし第3項のいずれかに記載の遠心分離用沈殿管。

6. 前記内筒の内径が、その下端部に比べてそれより上側の部分が大きくなるようにされた請求の範囲第1項ないし第3項のいずれかに記載の遠心分離用沈殿管。

7. 上部が開口した有底の筒状をなす容器本体と、

この容器本体の内径寸法より小さい外径寸法を有する筒状をなし、容器本体の内部に挿入されて下端が容器本体の内底面付近に位置するように保持される内筒と、

この内筒の下端部に嵌脱自在に嵌合されて内筒の下端口を液密に閉塞し、下向きの押圧力によって内筒の下端部から容易に脱落する閉塞栓と、

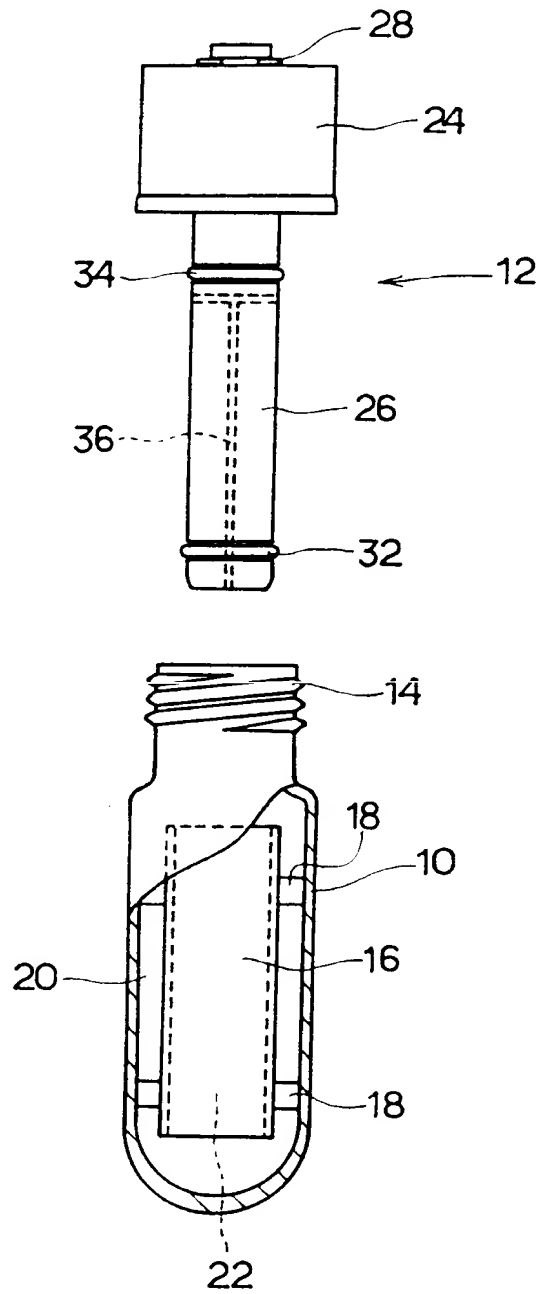
前記容器本体の内周面と前記内筒の外周面との間に形成される遠心分離室を密閉する密閉手段とを備えた遠心分離用沈殿管において、

前記閉塞栓の下面側を、閉塞栓が前記内筒の下端部から脱落して前記容器本体の内底面に達した際に脱落位置から前後左右いずれかに倒れる形状に形成したことを特徴とする遠心分離用沈殿管。

8. 前記閉塞栓の下面側が錐状に形成された請求の範囲第7項記載の遠心分離用沈殿管。
9. 前記内筒の上端部に、前記容器本体の上端縁に液密部材を介在させてもしくは直接に係合して密接する鏝部が形成され、前記容器本体の上端部外周面にねじ部が形成されて、前記密閉手段が、前記容器本体の上端部に冠着され前記ねじ部に螺合するねじ部を有し上面中央部に貫通孔が形成されたキャップにより構成され、そのキャップを容器本体の上端部にねじ込むことにより、容器本体の内周面と前記内筒の外周面との間に形成される遠心分離室が気密に密閉され、キャップを緩めることにより前記遠心分離室が外気と連通するようにされた請求の範囲第7項または第8項記載の遠心分離用沈殿管。

1/12

☒ 1





2/12

図 2

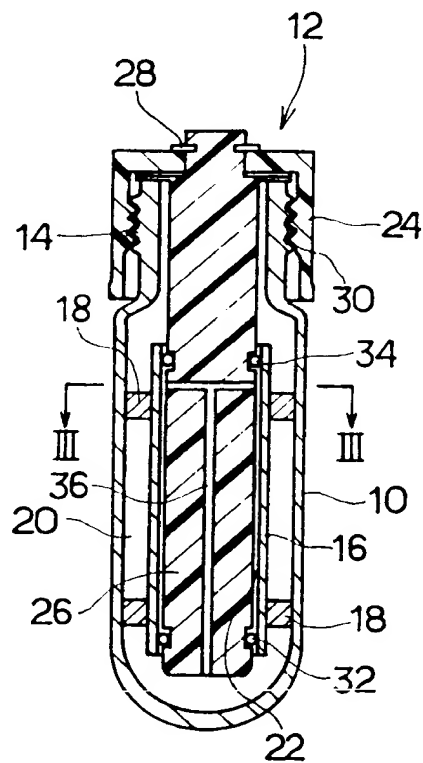
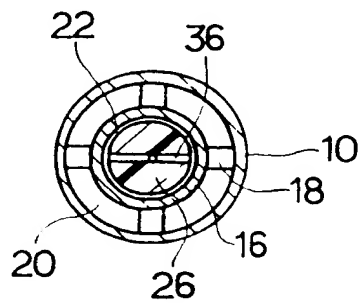
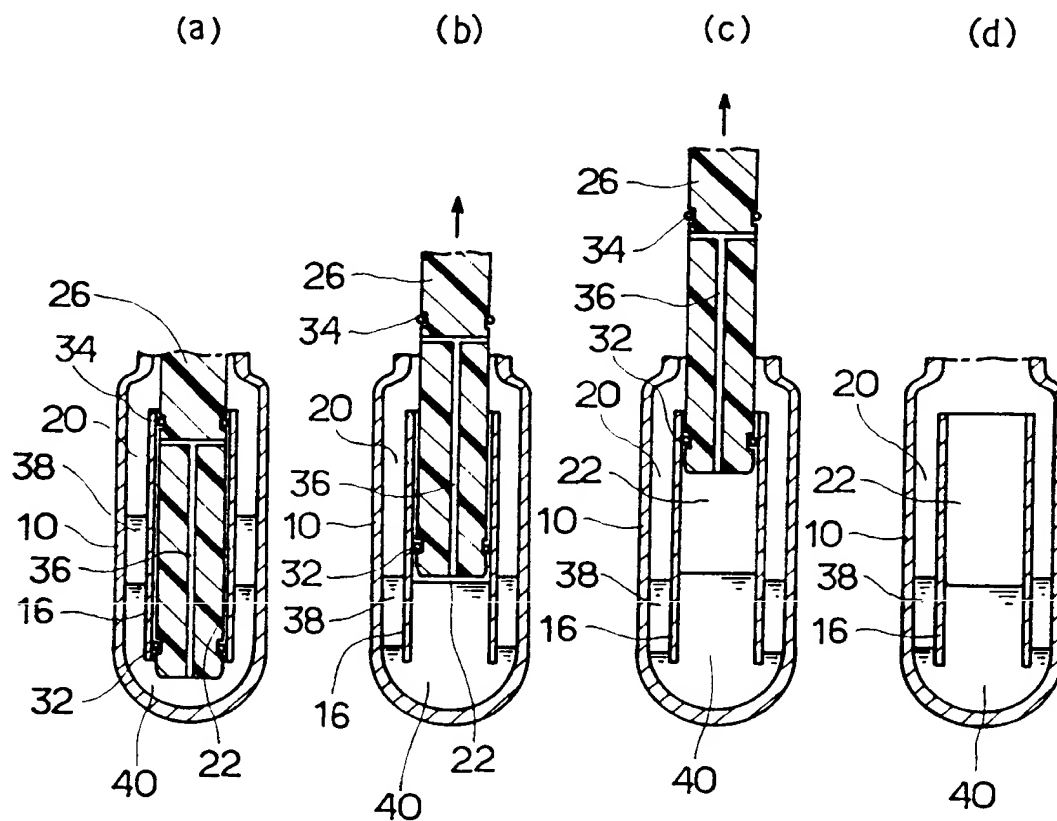


図 3



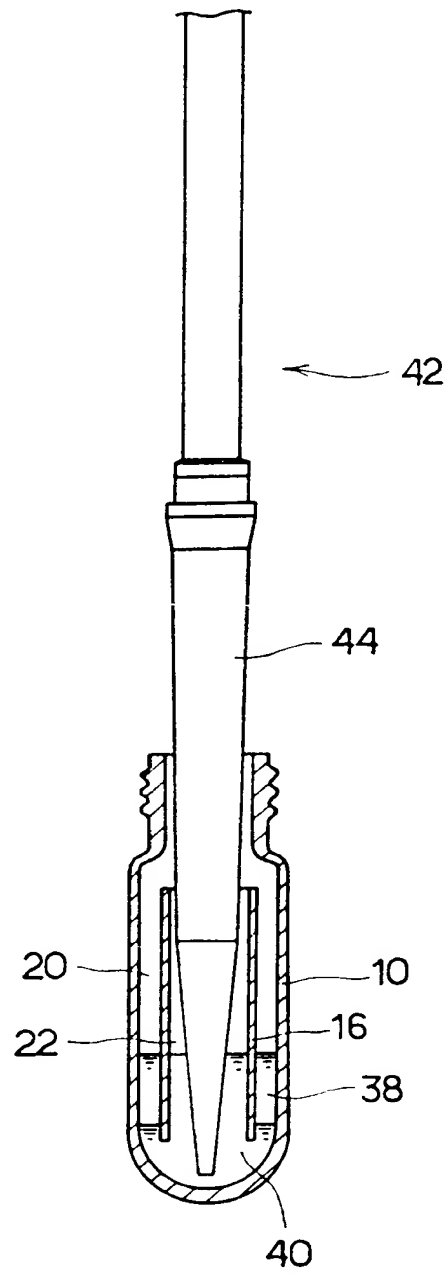






4/12

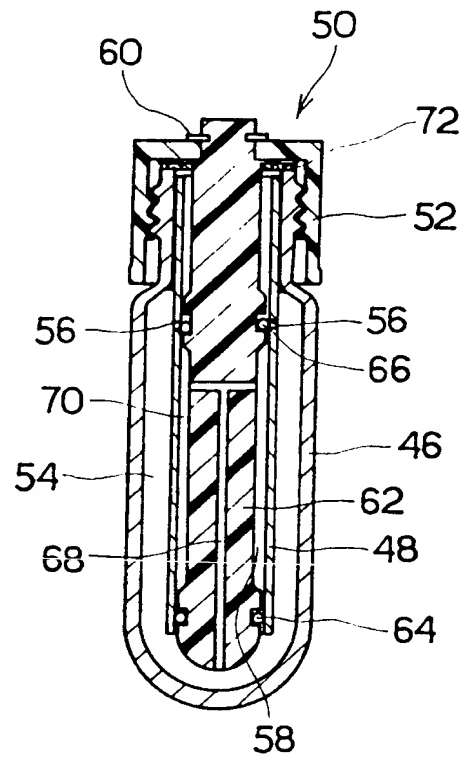
図 5





5/12

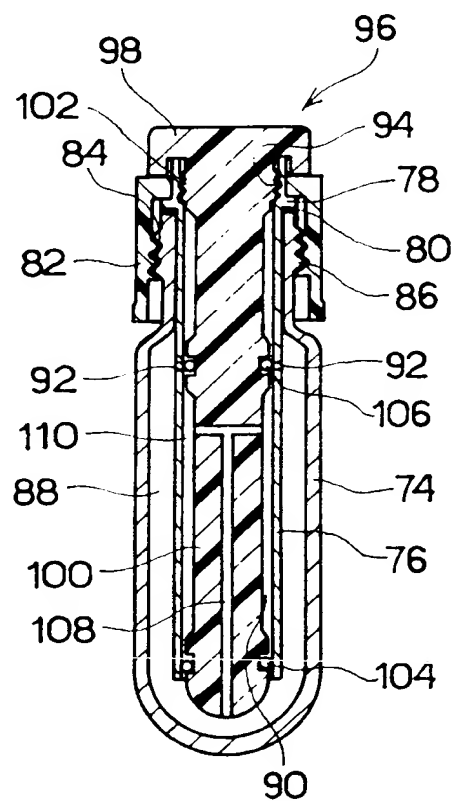
⊗ 6





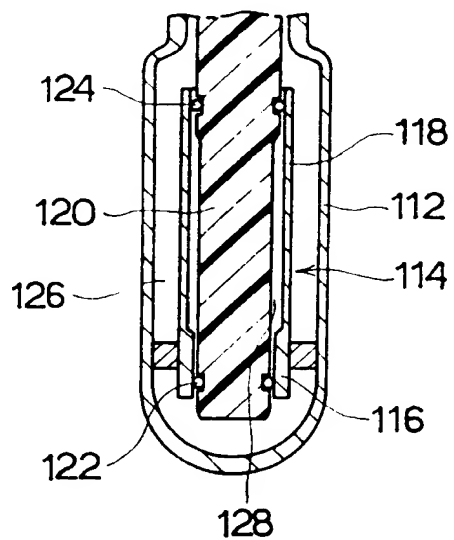
6/12

7



7/12

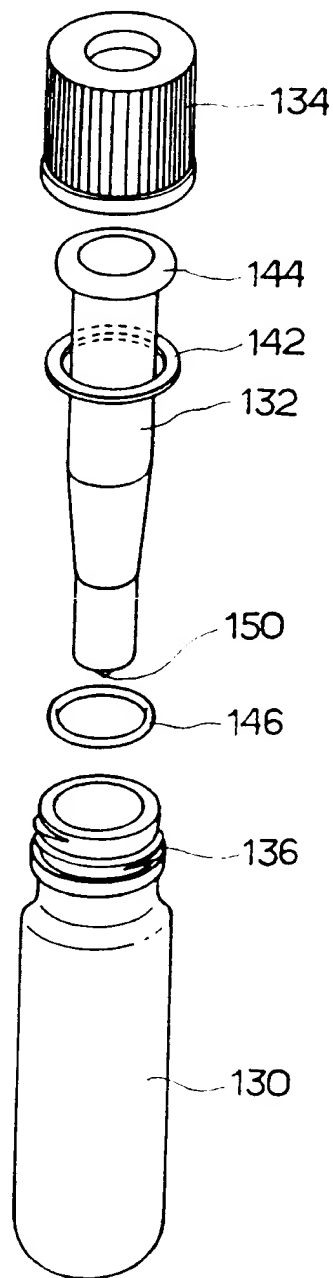
8





9/12

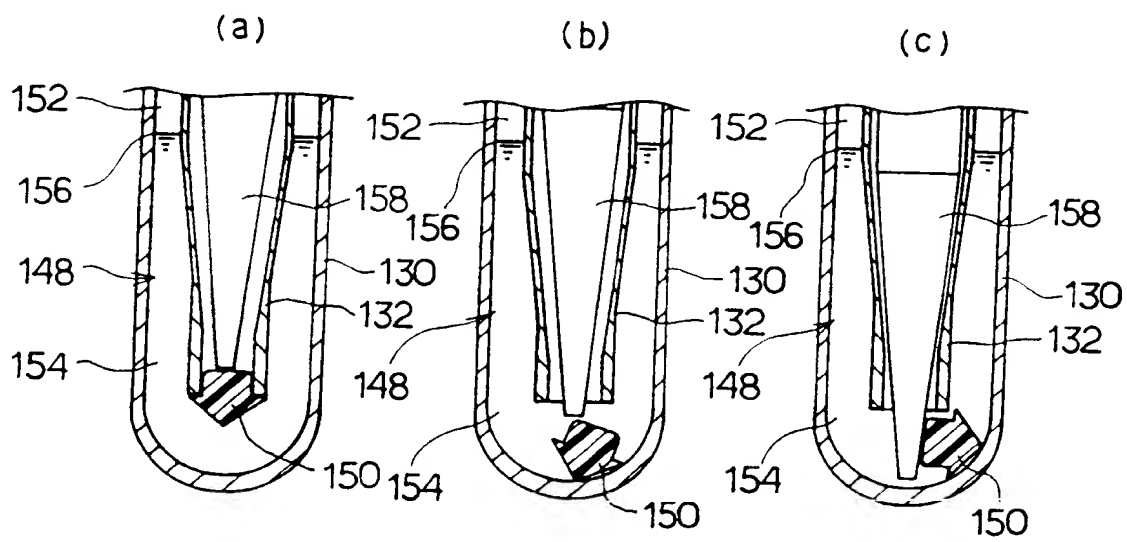
☒ 1 0





10/12

☒ 1 1





11/12

図 1 2

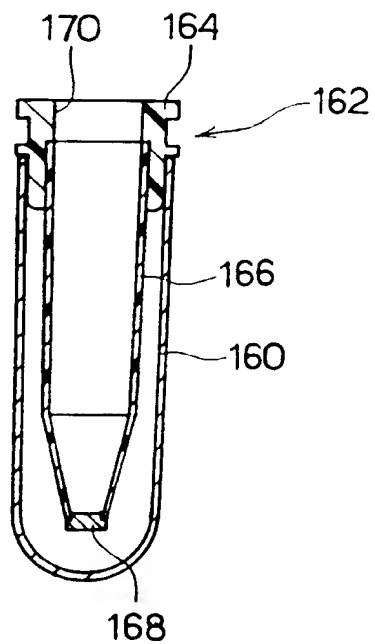
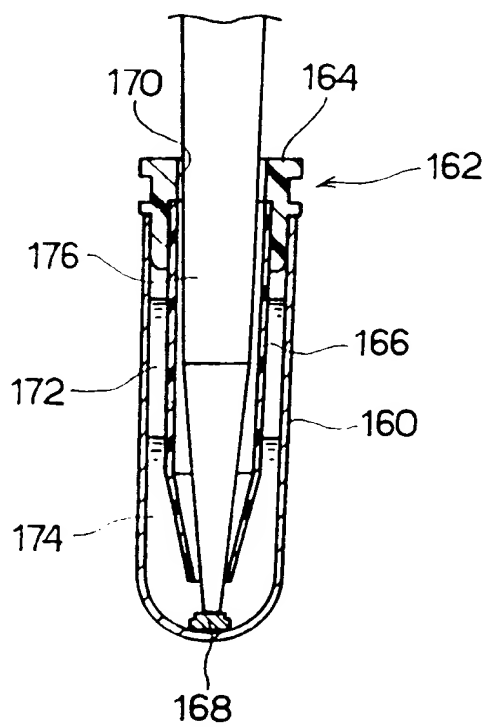


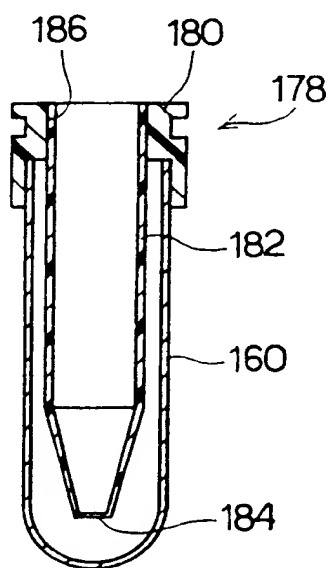
図 1 3





12/12

図 14



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06526

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ B04B7/00, G01N1/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ B04B7/00, G01N1/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Keisai Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO, 97/40357, A1 (Dainippon Seiki K.K.), 04 November, 1997 (04.11.97), Claims; Fig. 3 & JP, 9-285740, A (Dainippon Seiki K.K.)	1-9
A	WO, 93/16801, A1 (HSEI, Paul), 20 July, 1995 (20.07.95), Claims; Fig. 1 & JP, 7-506528, A & US, 5242660, A & EP, 627962, A1	1-9
A	JP, 62-106645, U (Kabushiki Kaisha Tomi Seiko), 08 July, 1987 (08.07.87), Claims of Japanese Utility Model Application; Fig. 1 (Family: none)	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
07 February, 2000 (07.02.00)

Date of mailing of the international search report
22 February, 2000 (22.02.00)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06526

Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 1 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. ☐ Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 2 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

No technical relationship including technical features is found between the invention as described in Claims 1-6 and the invention as described in Claims 7-9, and Claims 7-9 do not satisfy the requirement of unity.

1. ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.

2. ☒ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.

3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

☐
☐

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.
No protest accompanied the payment of additional search fees.

国際調査報告

国際出願番号 PCT/J P 99/06526

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl¹ B 04 B 7/00, G 01 N 1/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl¹ B 04 B 7/00, G 01 N 1/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996

日本国公開実用新案公報 1971-2000

日本国登録実用新案公報 1994-2000

日本国実用新案掲載公報 1996-2000

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	W0, 97/40357, A1 (株式会社 大日本精機) 請求の範囲、第3図 & JP, 9-285740, A (株式会社大日本精機) 4. 11月. 1997 (04. 11. 97)	1-9
A	W0, 93/16801, A1 (HSEI, Paul) 20. 7月. 1995 (20. 07. 95) CLAIM, Fig. 1 & JP, 7-506528, A & US, 5242660, A & EP, 627962, A1	1-9
A	JP, 62-106645, U (株式会社トミー精工) 8. 7月. 1987 (08. 07. 87) 実用新案請求の範囲、第1図 (ファミリーなし)	1-9

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

07. 02. 00

国際調査報告の発送日

22.02.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

中村 泰三

二
印

4 Q 9040

電話番号 03-3581-1101 内線 3468

第Ⅰ欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見 (第1ページの2の続き)

法第8条第3項 (PCT 17条(2)(a)) の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. ☐ 請求の範囲 _____ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。つまり、
2. ☐ 請求の範囲 _____ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. ☐ 請求の範囲 _____ は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

第Ⅱ欄 発明の単一性が欠如しているときの意見 (第1ページの3の続き)

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるとこの国際調査機関は認めた。

請求項1-6に記載された発明と請求項7-9に記載された発明との間には特別な技術的特徴を含む技術的な関係はなく、請求項7-9は単一性の要件を満たしていない。

1. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求の範囲について作成した。
2. ☒ 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求の範囲について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったので、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求の範囲のみについて作成した。
4. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったので、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求の範囲について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあった。
- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがなかった。